

6

**Best Available Copy**  
**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 07-070613

(43)Date of publication of application : 14.03.1995

(51)Int.Cl.

B22F 9/04

B22F 1/00

(21)Application number : 05-221286

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP  
TOHO TITANIUM CO LTD

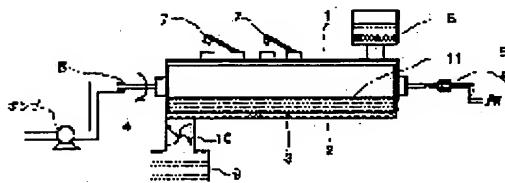
(22)Date of filing : 06.09.1993

(72)Inventor : TAKAKU NOBORU  
FUJII HIDEKI  
YAMAMIYA MASAO  
TAMURA MICHIO  
KAGOHASHI WATARU  
FUKAZAWA HIDEKAZU  
MURAYAMA RYOJI

**(54) DEHYDROGENATION IN PRODUCTION OF TITANIUM POWDER**

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently dehydrogenate titanium hydride in the production of titanium powder by rotating and agitating the titanium hydride charged in a closed rotary kiln instead of a conventional stationary batch-type dehydrogenator wherein trays are placed on one another in multiple stages.



CONSTITUTION: A titanium hydride powder 11 is charged into a closed rotary kiln 1 connected with an evacuating pipe 4 and a gaseous Ar feed pipe 6 through a rotary joint 5, the kiln is evacuated and heated, the powder is dehydrogenated while rotating the kiln 1, heating is stopped after the kiln is restored to a specified vacuum, and gaseous Ar is supplied immediately or after a necessary retention time to cool the kiln. The kiln 1 is vibrated continuously or intermittently during dehydrogenation.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The dehydrogenation art in the titanium powder manufacture characterized by carrying out dehydrogenation treatment, inserting in titanium hydride powder in a rotary furnace, and rotating this furnace in the approach of manufacturing titanium powder by the hydrogenation dehydrogenation method.

[Claim 2] It is a dehydrogenation art in the titanium powder manufacture which inserts titanium hydride powder in the sealing rotary furnace which connected the vacuum siphon and Ar gas supply line through rotation joint, heats while carrying out vacuum suction of the inside of a furnace, and is made to suspend heating after performing dehydrogenation treatment and recovering the inside of a furnace below to a predetermined vacuum, rotating a rotary furnace, and is immediately characterized by for \*\*\*\* to supply after [ the duration retention ] Ar gas, and to cool.

[Claim 3] Claim 1 characterized for vibration by continuation or giving intermittently in the rotary furnace under dehydrogenation treatment, or the dehydrogenation art in titanium powder manufacture given in two.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

**[Industrial Application]** This invention relates to the approach of carrying out dehydrogenation heat treatment of the titanium hydride powder, when manufacturing the titanium powder as a powder metallurgy raw material by the hydrogenation dehydrogenation method (HDH law).

**[0002]**

**[Description of the Prior Art]** Although specific strength of a titanium alloy is high, it excels in thermal resistance and corrosion resistance and the very effective property as ingredients, such as an aircraft, is provided, a difficulty is in workability, such as the dissolution, forging, and cutting. For this reason, it considers as the technique of manufacturing the half-finished products near the last configuration directly from reduction of a conversion cost, and a viewpoint of improvement in the yield, and powder-metallurgy processing is promising. When manufacturing a titanium alloy by powder metallurgy, there are an approach using the mixed powder of pure titanium powder and titanium hardener powder as a raw material and an approach using titanium-alloy powder. Let the former approach be an advantageous approach from the ability of the alloy of various presentations to be manufactured cheaply by changing the mixing ratio of both powder.

**[0003]** Although there is also the approach of grinding mechanically the titanium sponge which generally obtains titanium metal directly as the manufacture approach of pure titanium powder, and using as powder, since titanium sponge is rich in plasticity, even if it is difficult to grind this directly and to obtain impalpable powder and is obtained, since many [ the amount of chlorine ], it becomes quality low as an object for powder metallurgy. The atomizing method which blows away melting titanium by gas and makes powder on the other hand, or a titanium electrode is rotated, the electrode is fused with the plasma etc., and there is a rotational electrode process which blows away with a centrifugal force and is used as powder. According to these approaches, although titanium with comparatively high purity is obtained, there is a difficulty in a powder configuration, grain size, cost, etc.

**[0004]** for this reason, HDH which carries out a dehydrogenation with vacuum heating etc. and obtains titanium powder after carrying out the hydrogen treating of the raw material titanium, considering as a brittle titanium hydride, grinding this mechanically and considering as powder -- generally the approach by law is adopted. Although titanium hydride powder is filled up with the dehydrogenation processing by this HDH method into a dished processing container (tray) and it is heat-treated in a vacuum, if thickness of titanium hydride powder is set to 30-50mm or more into a tray, there is a problem that a dehydrogenation takes time amount, therefore it is necessary to hold down said thickness from dehydrogenation effectiveness to about 30-50mm.

Thus, since the thickness of dehydrogenation titanium powder has a limit, it is necessary to accumulate on multistage the tray on which titanium hydride powder entered 30-50mm in thickness for raising throughput, and to process it. Although this tray to accumulate changes with heat treatment / exhaust air capacity of a dehydrogenation furnace, furnace capacity, configurations, etc., it becomes dozens of steps on a scale of industrial.

[0005] Titanium powder is supplied to each tray of \*\*\*\*\*, and it is performing adjusting to predetermined thickness with the help, and it accumulates on a required number of stages, and inserts in a dehydrogenation furnace. Working efficiency is bad and being based on such a help has low productivity. Moreover, there is thickness Mino variation and there is a problem of causing variation also in the processing time by this.

[0006] On the other hand, after dehydrogenation treatment is completed, the tray with which it loaded multistage is disassembled with a help, and powder must remove with a help on a tray, also when it adheres, adhesion and.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Productivity aims at offering the dehydrogenation art in efficient titanium powder manufacture highly by carrying out carrying out rotation stirring of the titanium hydride which this invention cancels such a conventional trouble, loaded multistage with the tray, and inserted in dehydrogenation heat treatment not with quiescence and a batch mold but with the closed mold rotary furnace.

[0008]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, this invention makes the following configurations a summary. Namely, it sets to the approach of manufacturing titanium powder by (1) hydrogenation dehydrogenation method. It is a dehydrogenation art in the titanium powder manufacture characterized by carrying out dehydrogenation treatment, inserting in titanium hydride powder in a rotary furnace, and rotating this furnace. (2) Titanium hydride powder is inserted in the sealing rotary furnace which connected the vacuum siphon and Ar gas supply line through rotation joint. After performing dehydrogenation treatment and recovering the inside of a furnace below to a predetermined vacuum, rotating [ while carrying out vacuum suction of the inside of a furnace, heat, and ] a rotary furnace, it is a dehydrogenation art in the titanium powder manufacture characterized by making heating suspend, and for \*\*\*\* supplying after [ the duration retention ] Ar gas immediately, and cooling. Adhesion of the dehydrogenation titanium powder into a furnace can be prevented for vibration continuation or by giving intermittently to the rotary furnace under above-mentioned dehydrogenation treatment.

[0009]

[Function] Thus, while the effectiveness of dehydrogenation becomes good by powder always being stirred by performing dehydrogenation processing, making a closed mold rotary furnace insert in and rotate titanium hydride powder in this invention, there is also no need of restricting insertion thickness to 50mm or less like [ said batch type of ], and powder carries out false sintering and does not become massive. What is necessary is just to crack simply after dehydrogenation, even if it may form false sintering a part. furthermore, the thing which the wall of a rotary furnace is used as a refractory material, or is lined with this ingredient -- or it can prevent that titanium powder adheres to a furnace wall by dealing a blow of vibration etc. to a furnace wall further.

[0010] This invention is explained below at a detail. Drawing 1 is the explanatory view having shown typically the equipment which carries out dehydrogenation processing of this invention.

in drawing, 1 is a cylinder-like rotary furnace and consists of a furnace wall 2 which laid the heating means (for example, an electric heater -- not shown) underground, and a wall 3 which becomes the inside from heat-resistant-alloy steel, such as stainless steel. It is desirable to cover ceramics, such as heat resisting materials and aluminum  $2O_3$ , such as high-melting material, for example, Mo, Nb, etc., and Nitriding Nb, with lining or thermal spraying to the internal surface of a wall 3, and it can prevent that titanium powder adheres to a wall by this. 4 is the vacuum siphon and is connected with the rotary furnace 1 through a rotary joint 5 in the side-attachment-wall core. 6 is an Ar gas supply line connected with the side attachment wall of a furnace through rotary joint 5', and supplies Ar gas in a furnace at the time of dehydrogenation treatment termination. Although especially rotation of a rotary furnace is not illustrated, it is performed by the rotation roller which operates like the usual rotary kiln with the external power formed in two or more peripheries of a furnace. 7 is oscillating grant equipment and is suitably prepared in the periphery of a furnace 1. The example of drawing shows the hammer which hits a furnace wall timely according to rotation during operation of a furnace. 8 is a hopper which supplies titanium hydride powder to a rotary furnace, and is open for free passage in a furnace with the feed hopper (not shown) which can be opened and closed and which was prepared in the furnace wall 1. 9 is the exhaust port (not shown) prepared in the furnace wall possible [ closing motion ], and a discharge box open for free passage, and derives the titanium powder which the guide crusher 10 is formed in the upper part, and was processed. 11 is the titanium hydride powder inserted in in the furnace.

[0011] Rotation is put into operation, after it turns ON a heater, starts heating and reaches predetermined temperature in this invention, while it lengthens the sealed rotary furnace to a vacuum, after titanium hydride powder makes open the feed hopper of the rotary furnace 1 which has stopped from the feed hopper 8 and is inserted in in a specified quantity furnace. Although the degree of vacuum in a furnace will fall if a dehydrogenation is started from titanium hydride powder, a hydrogen yield decreases with time amount progress, a degree of vacuum is recovered gradually, becomes less than [ the set point or it ], and a dehydrogenation is completed. Dehydrogenation heats the inside of a furnace at about 700 degrees C, since titanium hydride powder is stirred by carrying out a furnace with a predetermined rotational speed, dew is always carried out to an ambient atmosphere, and processing advances extremely for a short time. Drawing 2 is what showed the relation between heating time and a rotational frequency, and by considering as the rotational speed of ten or more rpm shows that dehydrogenation becomes possible in about 600 minutes. In addition, giving vibration during dehydrogenation treatment can control adhesion in the furnace wall of titanium powder more.

[0012] It cools to a room temperature, stopping heating and vacuum suction, once stopping rotation of a furnace, making a bulb open, supplying Ar gas in a furnace, and rotating a furnace again, after dehydrogenation is completed. The inside of the furnace at the time of cooling will be in the condition of atmospheric pressure mostly. Thus, the processing time is sharply shortened like dehydrogenation treatment by rotating a furnace. Although drawing 3 shows the relation between a cooldown delay and a rotational frequency, by from now on making it the rotational speed of ten or more rpm shows that the cooling processing to ordinary temperature is attained in about 600 minutes.

[0013]

[Example] After inserting in 65kg of titanium hydride powder using the rotary furnace of the rotary-kiln mold shown in drawing 1 as a dehydrogenation furnace, while carrying out vacuum suction of the inside of a furnace, the heater was turned ON and heated. When coke oven

temperature amounted to 300 degrees C, the furnace was rotated by 30rpm, and the retention was heated and carried out to 750 more degrees C. Although hydrogen occurred in connection with dehydrogenation, vacuum suction of the inside of a furnace was carried out, and it was deaerated. Heating enclosed and carried out the retention of the Ar gas for 60 minutes while it turned OFF the heater and suspended rotation, after the degree of vacuum in a furnace reached 0.05 or less torrs, and it cooled it after that. At the time of cooling, Ar gas is rotated by feeder current through, the furnace was rotated by 30rpm, and cooling was ended when becoming 100 degrees C or less.

[0014] Time amount until heating and cooling are completed was 600 minutes, respectively. Incidentally an example of the heating time in standing processing of 65kg of titanium hydride powder of the conventional tray use was 2800 minutes, and the cooldown delay was 1500 minutes. Thus, since titanium powder is always stirred by performing a dehydrogenation in a rotary furnace, it is the result of powder's forming false sintering, not becoming massive, and titanium hydride's always appearing in the surface section all over a rotary furnace, and performing dehydrogenation and cooling efficiently, even if it became an elevated temperature that the processing time in this invention was shortened. Moreover, it is not necessary to restrict like standing processing of the conventional tray use of the insertion thickness of titanium hydride powder.

[0015] Although the case where this invention was used for dehydrogenation processing above was explained to the subject, this invention is not limited to this and can be applied also to heat treatment of those other than titanium hydride powder.

[0016]

[Effect of the Invention] As explained above, this invention can plan increase of the productivity by compaction of the dehydrogenation-ized processing time, increase of throughput, the unloading of a crushing process, antisticking, etc., laborsaving, and cost reduction by performing dehydrogenation with a rotary furnace as compared with processing by the conventional quiescence and batch type furnace. Especially processing-time shortening is large, it becomes possible to complete that heating time had taken 2800 minutes conventionally in 600 minutes by this invention so that clearly from an example, and to also end a cooldown delay in 600 minutes from 1500 minutes, and this industrial effectiveness is very large.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The explanatory view showing typically an example of equipment which enforces this invention method.

[Drawing 2] Drawing showing the relation between heating time and a rotational frequency.

[Drawing 3] Drawing showing the relation between a cooldown delay and a rotational frequency.

[Description of Notations]

1: Rotary furnace

2: Furnace wall

3: Wall

4: Vacuum siphon

5: Rotary joint

6: Ar gas supply pipe

7: Oscillating grant equipment

8: Powder feed hopper

9: Powder discharge box

10: Guide crusher

11: Titanium hydride powder

---

[Translation done.]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-70613

(43) 公開日 平成7年(1995)3月14日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F	9/04	C		
	1/00	H		

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平5-221286

(22) 出願日 平成5年(1993)9月6日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(71) 出願人 390007227

東邦チタニウム株式会社

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号

(72) 発明者 高久 昇

兵庫県姫路市広畑区富士町1番地 新日本製鐵株式会社広畑製鐵所内

(72) 発明者 藤井 秀樹

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社技術開発本部内

(74) 代理人 弁理士 田村 弘明 (外1名)

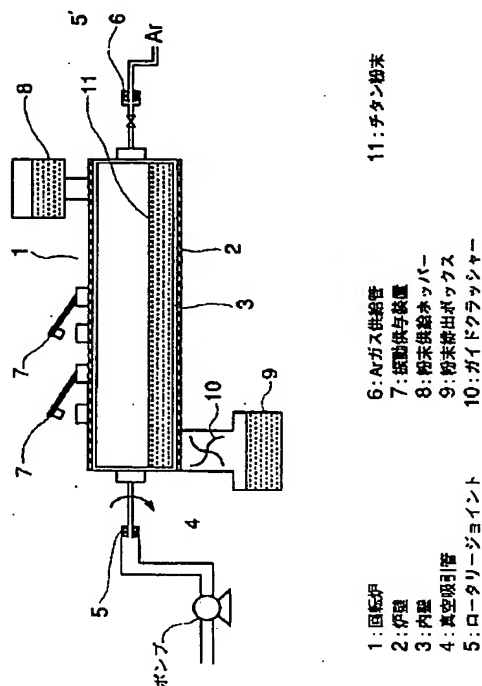
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 チタン粉末製造における脱水素化処理方法

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、従来のトレイを多段に積んで脱水素化熱処理を静止・バッチ型で行なうのではなく、密閉型回転炉で装入した水素化チタンを回転攪拌させながら行うことにより、生産性が高く、かつ効率のよいチタン粉末製造における脱水素化処理方法を提供する。

【構成】 回転ジョイントを介して真空吸引管及びArガス供給管を連結した密閉回転炉に水素化チタン粉末を装入し、炉内を真空引きすると共に加熱し、かつ回転炉を回転させながら脱水素化処理を行い、炉内が所定の真空に回復した後に加熱を停止せしめ直ちに或いは所要時間保定後Arガスを供給して冷却することを特徴とするチタン粉末製造における脱水素化処理方法である。上記脱水素化処理中の回転炉に振動を連続或いは間欠的に付与することができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水素化脱水素法によりチタン粉末を製造する方法において、回転炉内に水素化チタン粉末を装入し、該炉を回転させながら脱水素処理することを特徴とするチタン粉末製造における脱水素化処理方法。

【請求項2】 回転ジョイントを介して真空吸引管及びArガス供給管を連結した密閉回転炉に水素化チタン粉末を装入し、炉内を真空引きすると共に加熱し、かつ回転炉を回転させながら脱水素処理を行い、炉内が所定の真空以下に回復した後に加熱を停止せしめ、直ちに或いは所要時間保定後Arガスを供給して冷却することを特徴とするチタン粉末製造における脱水素化処理方法。

【請求項3】 脱水素処理中の回転炉に振動を連続或いは間欠的に付与することを特徴とする請求項1或いは2記載のチタン粉末製造における脱水素化処理方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、粉末冶金原料としてのチタン粉末を水素化脱水素法（H D H法）により製造する場合において、水素化チタン粉末を脱水素化熱処理する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】チタン合金は比強度が高く、耐熱性、耐蝕性に優れており、航空機等の材料として極めて有効な特性を具備しているが、溶解、鍛造、切削等の加工性に難点がある。このため、加工費の低減、歩留りの向上の観点から最終形状に近い半製品を直接製造する技術として、粉末冶金法が有望になっている。粉末冶金によってチタン合金を製造する場合、原料として純チタン粉末とチタン母合金粉末の混合粉末を用いる方法、およびチタン合金粉末を用いる方法がある。前者の方法は両粉末の混合比を変えることにより種々の組成の合金を安価に製造できることから有利な方法とされている。

【0003】純チタン粉末の製造方法としては、一般に金属チタンを得るスポンジチタンを機械的に直接粉砕して粉末とする方法もあるが、スポンジチタンは展延性に富むためこれを直接粉砕して微粉末を得るのは困難であり、また、得られたとしても塩素分が多いため粉末冶金用としては低い品質となる。一方、熔融チタンをガスで吹き飛ばして粉末を作るアトマイズ法、或いは、チタン電極を回転させ、その電極をプラズマ等で熔融し、遠心力で吹き飛ばして粉末にする回転電極法がある。これらの方法によれば、比較的純度の高いチタンが得られるが、粉末形状、粒度、コスト等に難点がある。

【0004】このため、原料チタンを水素化処理して脆弱なチタン水素化物とし、これを機械的に粉砕して粉末とした後、真空加熱等により脱水素してチタン粉末を得るH D H法による方法が一般的に採用されている。このH D H法による脱水素化処理では水素化チタン粉末を皿状の処理容器（トレイ）に充填し、真空中で加熱処理さ

れるが、トレイ中には水素化チタン粉末の層厚を30～50mm以上にすると脱水素に時間が掛かるという問題があり、そのため脱水素効率から前記層厚を30～50mm程度に抑える必要がある。このように、脱水素化チタン粉末の層厚に制限があるため、処理量を上げるには水素化チタン粉末が厚さ30～50mm入ったトレイを多段に積上げ処理する必要がある。この積上げるトレイは脱水素化炉の熱処理・排気能力、炉内容積・形状等によっても異なるが、工業的規模では数十段になる。

【0005】現状この各トレイにチタン粉末を供給し、所定の層厚に調整するのを人手で行っており、そして必要な段数に積上げて脱水素化炉に装入する。このような人手によることは、作業効率が悪く生産性が低い。また層厚みのバラツキがあり、これによる処理時間にもバラツキを引き起すという問題がある。

【0006】一方、脱水素処理が終了した後は、多段に積んだトレイを手で解体し、また粉末がトレイに凝着・付着した場合も人手で剥がさなければならない。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明はこの様な従来の問題点を解消するものであって、トレイを多段に積んで脱水素化熱処理を静止・バッチ型でなく、密閉型回転炉で装入した水素化チタンを回転攪拌させながら行うことにより、生産性が高く、かつ効率のよいチタン粉末製造における脱水素化処理方法を提供することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明は、以下の構成を要旨とする。すなわち、(1)水素化脱水素法によりチタン粉末を製造する方法において、回転炉内に水素化チタン粉末を装入し、該炉を回転させながら脱水素処理することを特徴とするチタン粉末製造における脱水素化処理方法であり、(2)回転ジョイントを介して真空吸引管及びArガス供給管を連結した密閉回転炉に水素化チタン粉末を装入し、炉内を真空引きすると共に加熱し、かつ回転炉を回転させながら脱水素処理を行い、炉内が所定の真空以下に回復した後に加熱を停止せしめ直ちに或いは所要時間保定後Arガスを供給して冷却することを特徴とするチタン粉末製造における脱水素化処理方法である。上記脱水素処理中の回転炉に振動を連続或いは間欠的に付与することにより炉内への脱水素化チタン粉末の付着を防止できる。

## 【0009】

【作用】このように本発明においては、水素化チタン粉末を密閉型回転炉に装入し回転させながら脱水素化処理を行うことにより、粉末が常に攪拌されることで脱水素化の効率がよくなると共に、前記バッチ型のように装入層厚を50mm以下に制限する必要も無く、また、粉末が疑似焼結して塊状になることもない。一部疑似焼結化することがあっても脱水素化後簡単に解砕するだけです

む。更に、回転炉の内壁を高融点材料とするか、この材料でライニングすることにより、或いは更に炉壁に振動等の打撃を与えることにより、チタン粉末が炉壁へ付着するのを防止できる。

【0010】以下に本発明を詳細に説明する。図1は本発明の脱水素化処理を実施する装置を模式的に示した説明図である。図において、1は円筒状の回転炉であり、加熱手段（例えば電気ヒーター、図示せず）を埋設した炉壁2と、その内側にステンレス等の耐熱合金鋼からなる内壁3から構成されている。内壁3の内表面には高融点材、例えばMo、Nb等の耐熱材やAl、O<sub>2</sub>、窒化Nb等のセラミックスを内張或いは溶射等で被覆するのが好ましく、これによりチタン粉末が内壁に付着するのを防止できる。4は真空吸引管でありロータリージョイント5を介して回転炉1に側壁中心部に連結している。6は炉の側壁にロータリージョイント5'を介して連結するArガス供給管であり、脱水素処理終了時に炉内にArガスを供給する。回転炉の回転は、とくに図示しないが、通常のロータリーキルンと同様に、炉の外周複数ヶ所に設けた外部動力により作動する回転ローラーで行われる。7は振動付与装置であり、炉1の外周に適宜設ける。図の例は炉の操業中に回転に応じて適時に炉壁を打撃するハンマーを示している。8は水素化チタン粉末を回転炉に供給するホッパーであり、炉壁1に設けた開閉可能な供給口（図示せず）により炉内と連通する。9は開閉可能に炉壁に設けた排出口（図示せず）と連通する排出ボックスであり、上部にガイドクラッシャー10が設けられていて処理したチタン粉末を導出する。11は炉内に装入された水素化チタン粉末である。

【0011】本発明において、水素化チタン粉末が、供給ホッパー8より停止している回転炉1の供給口を開にして所定量炉内に装入された後、密閉した回転炉を真空に引くと共にヒーターをオンにして加熱を開始し、所定温度に達した後回転を始動する。水素化チタン粉末より脱水素が開始されると炉内真空度は低下するが、時間経過と共に水素発生量が少なくなり、真空度が次第に回復し、設定値或いはそれ以下になって脱水素が終了する。脱水素化は炉内をほぼ700℃に加熱し、炉を所定の回転速度で実施することで水素化チタン粉末が攪拌されるため常に雰囲気露され、極めて短時間で処理が進行する。図2は加熱時間と回転数の関係を示したもので、10rpm以上の回転速度とすることによりほぼ600分で脱水素化が可能となることがわかる。なお、脱水素処理中に振動を付与することはチタン粉末の炉壁への付着をより抑制できる。

【0012】脱水素化が終了した後は加熱および真空吸引を停止し、炉の回転を一旦中止してバルブを開にして炉内にArガスを供給し、炉を再び回転させながら室温まで冷却する。冷却時の炉内はほぼ大気圧の状態となる。このように炉を回転することで脱水素処理と同様に

処理時間が大幅に短縮される。図3は冷却時間と回転数の関係を示したものであるが、これから、10rpm以上の回転速度にすることにより、ほぼ600分で常温までの冷却処理が可能となることがわかる。

【0013】

【実施例】脱水素化炉として図1に示すロータリーキルン型の回転炉を用い、水素化チタン粉末65kgを装入した後、炉内を真空引きすると共にヒーターをオンにして加熱した。炉温が300℃に達した時点で炉を30rpmで回転させ、さらに750℃まで加熱して保定した。脱水素化に伴って水素が発生するが炉内を真空引きして脱気した。加熱は炉内の真空度が0.05torr以下に到達した後、ヒーターをオフにし、かつ回転を停止すると共にArガスを封入し60分保定し、その後冷却した。冷却時にはArガスを供給流通し、かつ炉を30rpmで回転させ、100℃以下になったら冷却を終了した。

【0014】加熱および冷却の終了するまでの時間は夫々600分であった。因みに従来のトレイ使用の水素化チタン粉末65kgの静置処理における加熱時間の一例は2800分、冷却時間は1500分であった。このように本発明での処理時間が短縮されたのは、回転炉内で脱水素を行なうことによりチタン粉末が常に攪拌されるため、高温になっても粉末が疑似焼結化して塊状になることがなく、水素化チタンが回転炉中で常に表層部に出て脱水素化および冷却が効率良く行われた結果である。また、水素化チタン粉末の装入層厚を従来のトレイ使用の静置処理のように制限する必要がない。

【0015】以上本発明を脱水素化処理に用いる場合を主体に説明したが、本発明はこれに限定されるものでなく、水素化チタン粉末以外の熱処理にも適用できる。

【0016】

【発明の効果】以上説明したように、本発明は回転炉で脱水素化を行なうことにより、従来の静止・バッチ型炉での処理に比して、脱水素化処理時間の短縮、処理量の増大、解砕工程の負荷軽減、付着防止等による生産性の増大、省力化、コスト削減が図れる。特に処理時間短縮化は大きく、実施例から明らかのように従来加熱時間が2800分掛かっていたものが本発明では600分で終了し、また冷却時間も1500分から600分で終了することが可能となり、この工業的效果は極めて大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明法を実施する装置の一例を模式的に示す説明図。

【図2】加熱時間と回転数の関係を示す図。

【図3】冷却時間と回転数の関係を示す図。

【符号の説明】

1：回転炉

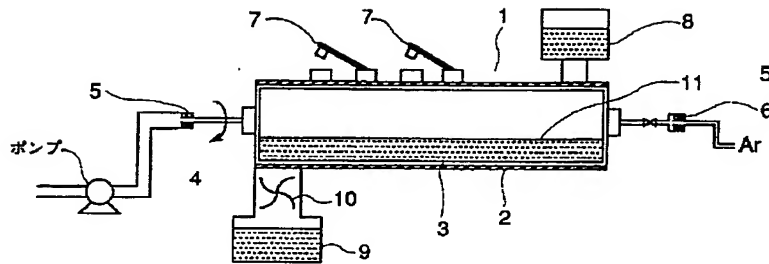
2：炉壁

3：内壁

- 4: 真空吸引管  
 5: ロータリージョイント  
 6: Arガス供給管  
 7: 振動付与装置

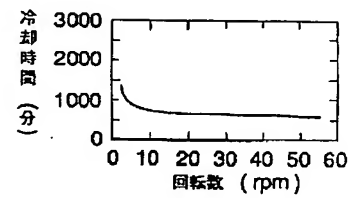
- \* 8: 粉末供給ホッパー  
 9: 粉末排出ボックス  
 10: ガイドクラッシャー  
 \* 11: 水素化チタン粉末

【図1】

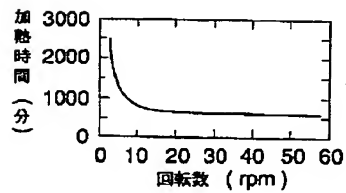


- 1: 回転炉  
 2: 炉壁  
 3: 内壁  
 4: 真空吸引管  
 5: ロータリージョイント  
 6: Arガス供給管  
 7: 振動付与装置  
 8: 粉末供給ホッパー  
 9: 粉末排出ボックス  
 10: ガイドクラッシャー  
 11: チタン粉末

【図3】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 山宮 昌夫  
 東京都千代田区大手町2-6-3 新日本  
 製鐵株式会社内  
 (72)発明者 田村 道夫  
 兵庫県姫路市広畑区富士町1番地 新日本  
 製鐵株式会社広畑製鐵所内

(72)発明者 籠橋 亘  
 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎3-3-5 東邦  
 チタニウム株式会社内  
 (72)発明者 深澤 英一  
 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎3-3-5 東邦  
 チタニウム株式会社内  
 (72)発明者 村山 良治  
 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎3-3-5 東邦  
 チタニウム株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**This Page Blank (uspto)**